

This Page Is Inserted by IFW Operations  
and is not a part of the Official Record

## **BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning documents *will not* correct images,  
please do not report the images to the  
Image Problem Mailbox.**

Japanese Kokai Utility Model No. Sho 61[1986]-67836

---

Job No.: 1454-82633

Ref.: N19.12-0030

Translated from Japanese by the Ralph McElroy Translation Company  
910 West Avenue, Austin, Texas 78701 USA

JAPANESE PATENT OFFICE  
PATENT JOURNAL (U)  
KOKAI UTILITY MODEL NO. SHO 61[1986]-67836

Int. Cl. <sup>4</sup> :	B 01 J 19/12 19/00
Sequence Nos. for Office Use:	Z-6812-4G Z-6812-4G
Filing No.:	Sho 59[1984]-152077
Filing Date:	October 8, 1984
Publication Date:	May 9, 1986
Examination Request:	Not filed

FINE POWDER MANUFACTURING APPARATUS USING A LASER

Designers:	Yasuyuki Yoshida Hiroshima Research Lab., Mitsubishi Heavy Industries, Ltd. 4-6-22 Kannonshin-cho, Nishi-ku, Hiroshima-shi
	Tsuneto Hiromi Hiroshima Research Lab., Mitsubishi Heavy Industries, Ltd. 4-6-22 Kannonshin-cho, Nishi-ku, Hiroshima-shi
	Ichiro Yamashita Hiroshima Research Lab., Mitsubishi Heavy Industries, Ltd. 4-6-22 Kannonshin-cho, Nishi-ku, Hiroshima-shi
Applicant:	Mitsubishi Heavy Industries, Ltd. 2-5-1 Marunouchi, Chiyoda-ku, Tokyo

Agents:

Takehiko Suzue, patent attorney,  
and 2 others

[There are no amendments to this patent.]

### Claim

Fine powder manufacturing apparatus using a laser with a reaction chamber, plural gas injection nozzles that inject a reaction gas and that are located on a wall of the reaction chamber, and plural filters that collect the fine powder and that are located on the wall surface facing said nozzles of the reaction chamber; characterized in that a laser beam successively passes through an area directly above each gas injection nozzle in order.

### Detailed explanation of the design

#### Industrial application field

The present design pertains to an improvement for a fine powder manufacturing apparatus using a laser.

#### Prior art

Figure 2 is a diagram illustrating a fine powder manufacturing apparatus using a laser of the prior art.

In the figure, (1) represents a reaction chamber. Two optical windows (2<sub>1</sub>) and (2<sub>2</sub>) are arranged opposite each other on the side portions of said reaction chamber. Gas injection nozzle (5) for injecting reaction gas (SiH<sub>4</sub>, NH<sub>3</sub>, etc.) (3) and inert gas (Ar, etc.) (4) are arranged at the bottom of said reaction chamber (1). Said gas injection nozzle (5) is made up of first cylindrical nozzle (6) for injecting reaction gas (3) and second cylindrical nozzle (7) for injecting inert gas (4) that is formed concentrically around said first nozzle (6). Filter (9) for collecting the generated powder (Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>, etc.) (8) is arranged on the ceiling of said apparatus main body (1) opposite said first nozzle (5). Also, damper (10) is arranged near optical window (2<sub>2</sub>) outside reaction chamber (1).

In the apparatus with the aforementioned constitution, reaction gas (3) is ejected from first nozzle (6), and a reaction is induced by a laser beam (CO<sub>2</sub> laser beam or the like) (11) whose wavelength matches the absorption wavelength of said reaction gas (3), and which passes through optical window (2<sub>1</sub>), to produce said powder (8). Also, inert gas (4) is injected from said second nozzle (7) to entrain said powder (8) to filter (9) for collection.

### Problems to be solved by the device

However, the aforementioned conventional apparatus has the following disadvantages.

(1) The laser energy not absorbed and used in the reaction is absorbed by damper (10) as thermal energy and wasted. The energy efficiency is therefore low.

(2) In each operation, it is only possible to manufacture a single type of powder made up of particles of one side.

The purpose of the present design is to solve the aforementioned problems of the conventional methods by providing a fine powder manufacturing apparatus using a laser characterized by improved energy efficiency and the ability to manufacture powder with different particle sizes and compositions in a single apparatus.

### Problems to be solved by the invention

According to the present design, the aforementioned purpose is realized by a fine powder manufacturing apparatus using a laser characterized by a reaction chamber, plural gas injection nozzles that inject a reaction gas and that are located on a wall of the reaction chamber, plural filters that collect the fine powder and that are located on the wall surface facing said nozzles of the reaction chamber, and a laser beam that successively passes through the region directly above each gas injection nozzle.

### Operation

In the fine powder manufacturing apparatus using a laser of the present design, the following two cases are considered.

(1) High laser output power:

Since plural gas injection nozzles and plural filters for collecting the powder are arranged in pairs, any excess laser energy can be utilized, so that the energy efficiency is increased. At the same time, by changing the injection pressure of said nozzles, it is possible to change the powder particle size, and, by changing the type of reaction gas, it is possible to change the composition of the powder.

(2) Low laser output power:

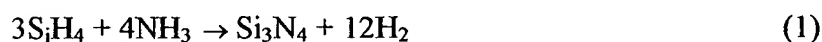
In this case, it is possible to focus the laser beam to realize the effects of said point (1) by arranging condensing lenses or concave mirrors between plural gas injection nozzles.

### Application examples

In the following, an application example of the present design will be explained with reference to Figure 1. Also, in this application example, the laser energy is assumed to be high.

In this figure, (21) represents a reaction chamber. Two optical windows (22<sub>1</sub>) and (22<sub>2</sub>) are arranged on the side portions of said reaction chamber (21). Plural gas injection nozzles (25<sub>1</sub>), (25<sub>2</sub>)... (25<sub>n</sub>) for ejecting reaction gas (23) and inert gas (24) are arranged on the bottom of said reaction chamber (21). Said gas injection nozzles (25<sub>1</sub>)~(25<sub>n</sub>) are made up of first cylindrical nozzles (26<sub>1</sub>)~(26<sub>n</sub>) for ejecting the reaction gas (23) and second cylindrical nozzles (27<sub>1</sub>)~(27<sub>n</sub>) for ejecting reaction gas (23) that are concentric with respect to said first nozzles. Filters (29<sub>1</sub>)~(29<sub>n</sub>) for collecting the formed powder (Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> or the like) (28) are arranged at positions corresponding to said first nozzles (25<sub>1</sub>)~(25<sub>n</sub>), respectively on the ceiling of said reaction chamber (21). Also, damper (30) is arranged on the outside of reaction chamber (1) near optical window (22<sub>2</sub>).

In the device with the aforementioned constitution, a gas mixture of SiH<sub>4</sub> and NH<sub>3</sub> is used as reaction gas (23); Ar is used as inert gas (24); and a CO<sub>2</sub> laser beam (with wavelength at 10.6 μm) is used as laser beam (31). The CO<sub>2</sub> laser beam is absorbed by reaction gas (23) ejected from gas injection nozzles (24), inducing the following reaction



to form Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> fine powder. Then, the formed fine powder is entrained by inert gas (24) to filters (29<sub>1</sub>)~(29<sub>n</sub>) that collect the fine powder.

According to the present design, gas injection nozzles (25<sub>1</sub>)~(25<sub>n</sub>) and filters (29<sub>1</sub>)~(29<sub>n</sub>) are arranged in pairs side by side. Consequently, any excess energy can be used thereby increasing the energy efficiency. Also, by changing the injection pressure of reaction gas (23) of gas injection nozzles (25<sub>1</sub>)~(25<sub>n</sub>), it is possible to change the particle size of the powder. Also, by changing the type of reaction gas (23), it is possible to change the composition of the powder. In summary, it is possible to manufacture many types of fine powders with a single apparatus. Consequently, the productivity is improved.

In the aforementioned application example, the laser energy was assumed to be high. The laser power density required to drive the reaction of said formula (1) is about 10<sup>5</sup> W/cm<sup>2</sup>. Consequently, when the laser energy is not high, the constitution shown in Figure 3 or 4 is adopted. In the constitution shown in Figure 3, condensing lenses (32)... are arranged between gas injection nozzles (25<sub>1</sub>)~(25<sub>n</sub>) so as to increase the power density of the laser beam passing directly above the nozzles. On the other hand, in the constitution shown in Figure 4 (an upper view), plural concave mirrors (33)... are used to increase the density of the laser beam passing through directly above the nozzles. In this way, by means of the apparatus shown in Figure 3 or Figure 4, it is possible to change the composition or particle size of the powder by controlling the type and pressure of reaction gas (23) of gas injection nozzles (25<sub>1</sub>)~(25<sub>n</sub>) and by adjusting the laser beam condensing characteristics so as to control the energy density.

### Effects of the design

As explained in detail above, with the present design, it is possible to provide a type of fine powder manufacturing apparatus which can increase the energy efficiency and can manufacture powders of different particle sizes and types.

### Brief description of the figures

Figure 1 is a diagram illustrating the powder manufacturing apparatus in an application example of the present design. Figure 2 is a diagram illustrating a powder manufacturing apparatus using a laser of the prior art. Figures 3 and 4 are diagrams illustrating the powder manufacturing apparatus in other application examples of the present design.

21	Reaction chamber
22	Optical window
23	Reaction gas
24	Inert gas
25 <sub>1</sub> -25 <sub>n</sub>	Gas injection nozzle
26 <sub>1</sub> -26 <sub>n</sub>	First nozzle
27 <sub>1</sub> -27 <sub>n</sub>	Second nozzle
28	Formed powder
29 <sub>1</sub> -29 <sub>n</sub>	Filter
30	Damper
32	Condensing lens
33	Concave mirror

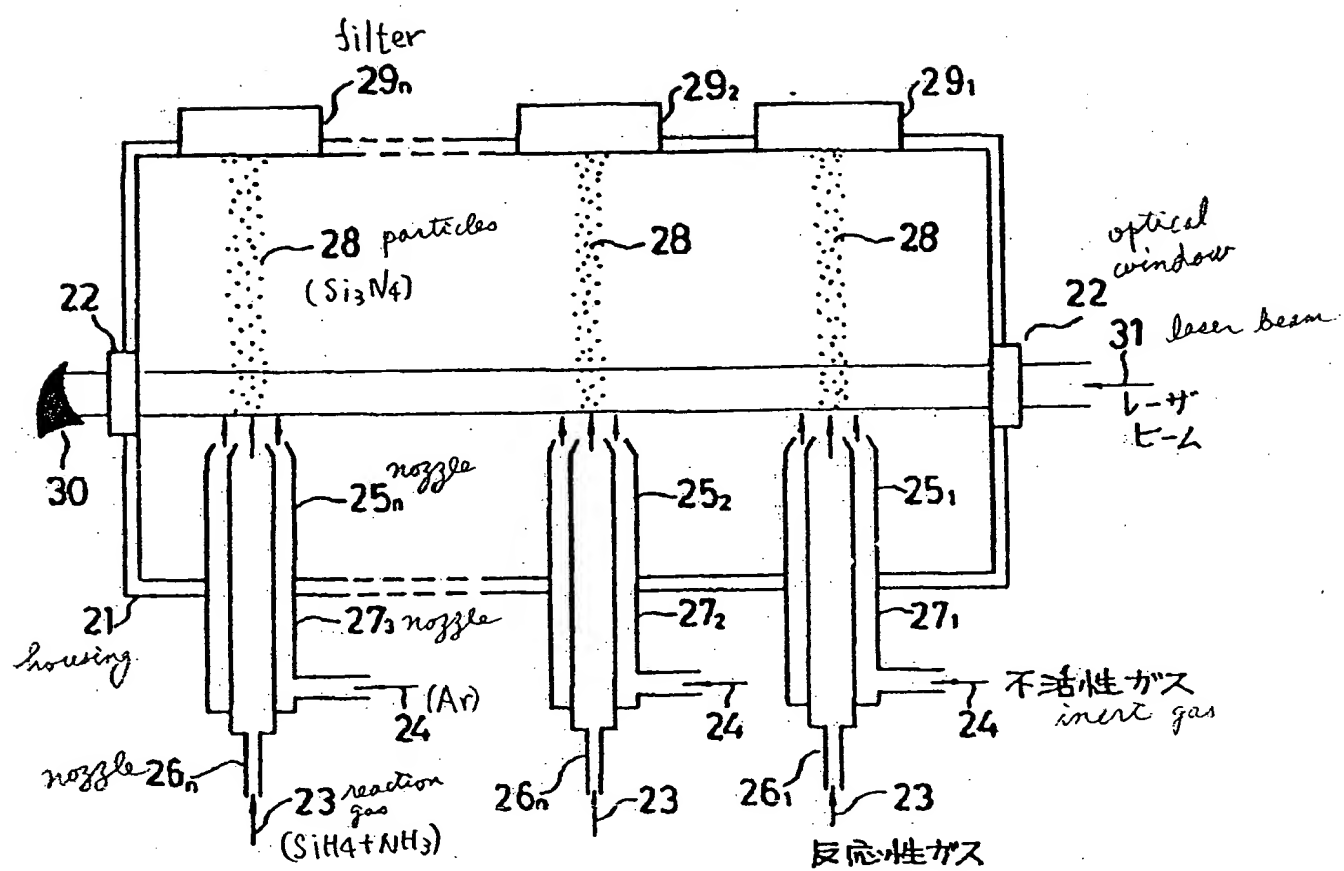


Figure 1

Key:	23	Reaction gas
	24	Inert gas
	31	Laser beam



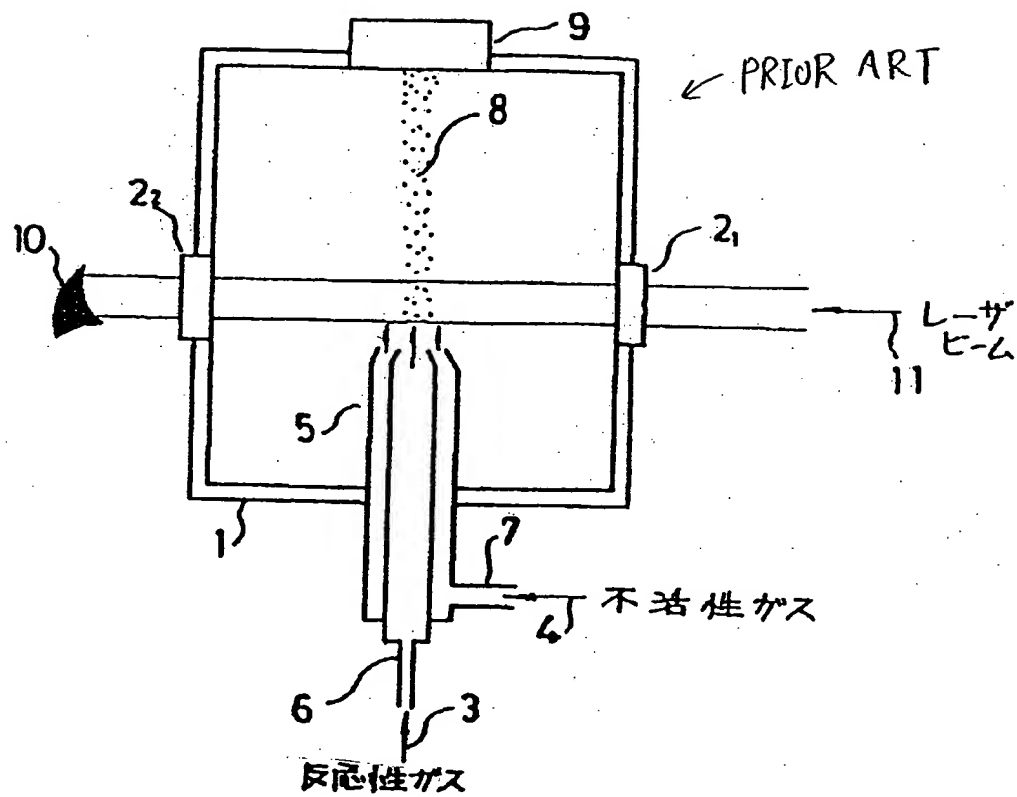


Figure 2

Key:	3	Reaction gas
	4	Inert gas
	11	Laser beam

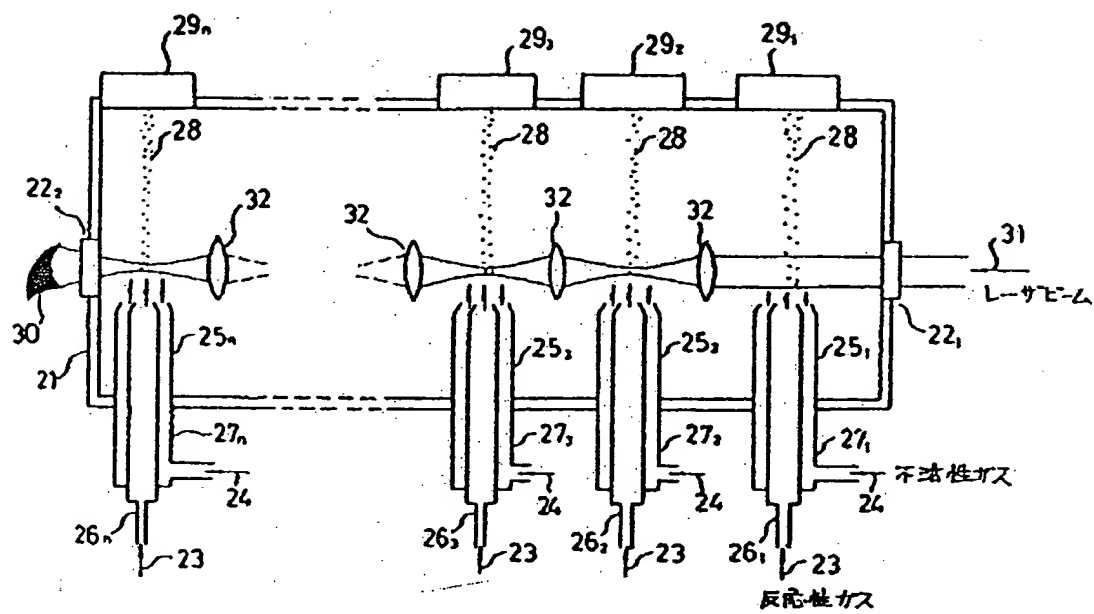


Figure 3

Key: 23     Reaction gas  
 24     Inert gas  
 31     Laser beam

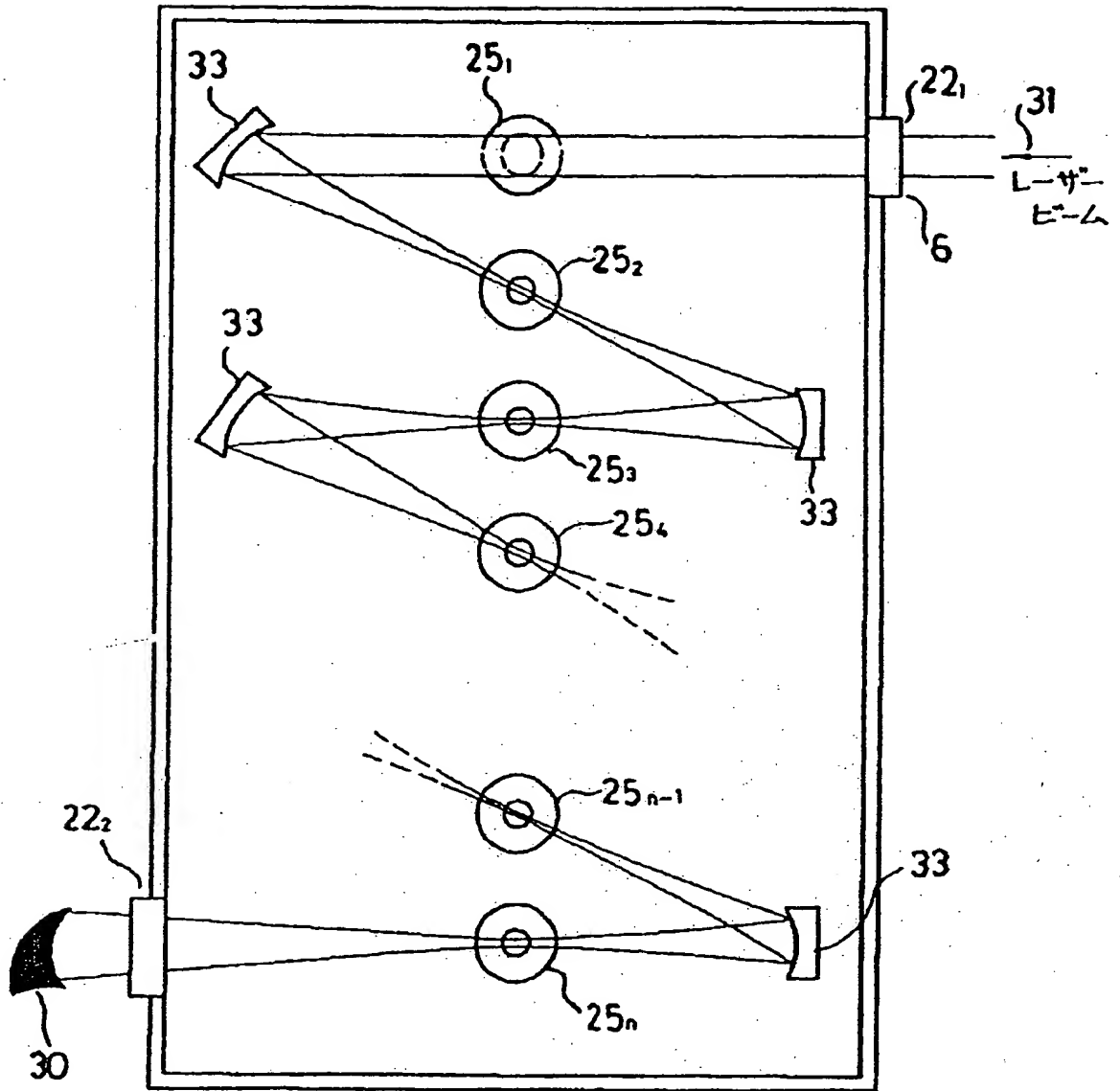


Figure 4

Key: 31 Laser beam

# 公開実用 昭和61- 67836

⑩ 日本国特許庁 (JP)

⑪ 実用新案出願公開

⑫ 公開実用新案公報 (U)

昭61- 67836

⑬ Int. Cl. 4

B 01 J 18/12  
19/00

識別記号

庁内整理番号

Z-6812-4G  
Z-6812-4G

⑭ 公開 昭和61年(1986)5月9日

審査請求 未請求 (全頁)

⑮ 考案の名称 レーザによる微粉末製造装置 *A particle production apparatus, using laser*

⑯ 実 願 昭59-152077

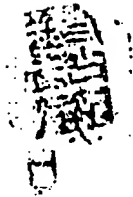
⑰ 出 願 昭59(1984)10月8日

⑱ 考 案 者 古 田 康 之 広島市西区観音新町4丁目6番22号 三菱重工業株式会社  
広島研究所内

⑲ 考 案 者 広 岡 常 登 広島市西区観音新町4丁目6番22号 三菱重工業株式会社  
広島研究所内

⑳ 考 案 者 山 下 一 郎 広島市西区観音新町4丁目6番22号 三菱重工業株式会社  
広島研究所内

㉑ 出 願 人 三菱重工業株式会社 東京都千代田区丸の内2丁目5番1号  
㉒ 復 代 理 人 弁理士 鈴 江 武 彦 外2名



## 明 細 書

### 1. 考案の名称

レーザーによる微粉末製造装置

### 2. 実用新案登録請求の範囲

レーザーにより微粉末を製造する装置において、反応容器と、この反応容器の一壁面に設けられた反応性ガスを噴射する複数のガス噴出ノズルと、同反応容器の前記ノズルと対向する横面に夫々設けられた微粉末集収用の複数のフィルターとを具備し、レーザービームが前記各ガス噴出ノズルの直上近傍を順次通過するようにしたことを特徴とするレーザーによる微粉末製造装置。

### 3. 考案の詳細な説明

#### 〔産業上の利用分野〕

本考案は、レーザーによる微粉末製造装置の改良に関する。

#### 〔従来の技術〕

従来、レーザーによる微粉末製造装置としては、第2図に示すものが知られている。

図中の1は、反応容器である。この反応容器



1 の側部には、2 個の光学窓  $2_1$ 、 $2_2$  が対になって設けられている。同反応容器 1 の底部には、反応性ガス ( $\text{SiH}_4$ ,  $\text{NH}_3$  等) 3 や不活性ガス ( $\text{Ar}$  等) 4 を噴射するガス噴出ノズル 5 が設けられている。このガス噴出ノズル 5 は、反応性ガス 3 を噴出する第 1 のノズル 6 と、このノズル 6 と同心円状の不活性ガス 4 を噴出する第 2 のノズル 7 から構成されている。同装置本体 1 の上部の前記第 1 のノズル 5 に対応する位置には、生成した粉末 ( $\text{Si}_3\text{N}_4$  等) 8 を集収するフィルター 9 が設けられている。また、反応容器 1 の外側で光学窓  $2_2$  の近くには、ダンパー 10 が設けられている。

こうした構造の装置において、第 1 のノズル 6 から反応性ガス 3 を噴出し、この反応性ガス 3 の吸収波長に一致しているレーザー光 ( $\text{CO}_2$  レーザ等) 11 を光学窓  $2_1$  から通すことによって反応を起こさせ、前記粉末 8 を製造する。なお、第 2 のノズル 7 から不活性ガス 4 を噴出し、これにより粉末 8 をフィルター 9 に運び、集収

する。

〔考案が解決しようとする問題点〕


しかしながら、従来装置は、次に示す欠点を有する。

- ① 反応に利用されなかったレーザーエネルギーは、ダンパー１０に吸収されて熱エネルギーに変換されて捨てられる。従って、エネルギー効率が悪い。
- ② 一度に単一の粒径および単一種類の粉末しか製造できない。

本考案は上記事情に鑑みてなされたもので、エネルギー効率を向上するとともに、一台で異なった粒径、組成の粉末を製造し得るレーザーによる粉末製造装置を提供することを目的とする。

〔考案が解決しようとする問題点〕

本考案は、反応容器と、この反応容器の一壁面に設けられた反応性ガスを噴射する複数のガス噴出ノズルと、同反応容器の前記ノズルと対向する壁面に夫々設けられた微粉末集収用の複数のフィルターを具備し、レーザービームが前記



各ガス噴出ノズルの直上近傍を順次通過するようにすることによって、前述した目的を達成することを図ったものである。

〔作用〕

本考案に係るレーザによる粉末製造装置は、次の2通りの場合が考えられる。

① レーザエネルギーが十分大きな場合；

複数のガス噴出ノズルと、これらと夫々対をなす粉末集収用のフィルターを複数個設けることにより、余剰レーザエネルギーを活用してエネルギー効率を向上するとともに、前記ノズルの噴射圧力を変えることにより粉末の粒径を、また反応性ガスの種類を変えることにより粉末の組成を変えることができる。

② レーザエネルギーが十分に大きくない場合；

複数のガス噴出ノズル間に集光レンズあるいは凹面鏡を設けることにより、レーザビームを集光し、前述した①の効果を得る



ことができる。

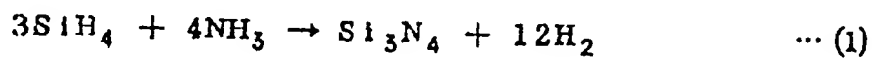
〔実施例〕

以下、本考案の一実施例を第1図を参照して説明する。なお、本実施例はレーザエネルギーが十分大きい場合に適用される。

図中の21は、反応容器である。この反応容器21の側部には、2個の光学窓22<sub>1</sub>、22<sub>2</sub>が夫々設けられている。同反応容器21の底部には、反応性ガス23や不活性ガス24を噴出する複数のガス噴出ノズル25<sub>1</sub>、25<sub>2</sub>、…25<sub>n</sub>が設けられている。さらにガス噴出ノズル25<sub>1</sub>～25<sub>n</sub>は、反応性ガス23を噴出する第1のノズル26<sub>1</sub>～26<sub>n</sub>と、これらと同心円状の反応性ガス23を噴出する第2のノズル27<sub>1</sub>～27<sub>n</sub>から構成されている。同反応容器21の上部の前記第1のノズル25<sub>1</sub>～25<sub>n</sub>に対応する位置には、生成した粉末( $\text{Si}_3\text{N}_4$ 等)28を集収するフィルター29<sub>1</sub>～29<sub>n</sub>が夫々設けられている。また、反応容器1の外側で光学窓22<sub>1</sub>の近くにはダンパー

30が設けられている。

こうした構造の装置において、反応性ガス23に $\text{SiH}_4$ と $\text{NH}_3$ の混合ガスを、不活性ガス24にArを用い、レーザービーム31は $\text{CO}_2$ レーザービーム（波長 $10.6\text{ }\mu\text{m}$ ）とすると、ガス噴出ノズル24から噴射された反応性ガス23は $\text{CO}_2$ レーザービームエネルギーを吸収し、



なる反応を生じ、 $\text{Si}_3\text{N}_4$ 微粉末を形成する。そして、生成した微粉末は不活性ガス24によりフィルター29<sub>1</sub>～29<sub>n</sub>に運ばれ集収する。

しかして、本考案によれば、ガス噴出ノズル25<sub>1</sub>～25<sub>n</sub>とフィルター29<sub>1</sub>～29<sub>n</sub>のペアを複数並設するため、余剰エネルギーを活用してエネルギー効率を向上できる。また、ガス噴出ノズル25<sub>1</sub>～25<sub>n</sub>の反応性ガス23の噴射圧力を変えることにより粒径を、かつ反応性ガス23の種類を変えることにより組成を変えることができる。更に、一台の装置で多種の微粉末を製造でき、生産性を向上できる。

なお、上記実施例は、レーザーエネルギーが十分大きい場合について述べたが、前述した式(1)の反応に必要なレーザーエネルギーの密度は  $\sim 10^5 \text{ W/cm}^2$  である。従って、レーザーエネルギーが十分大きくない場合は第3図または第4図のように構成する。即ち、第3図は各ガス噴出ノズル  $25_1 \sim 25_n$  間に集光レンズ  $32 \dots$  を設置し、ノズル直上を通過するレーザーのエネルギー密度を上げようとした構造のものである。一方、第4図(上面図)は、複数の凹面鏡  $33 \dots$  によりノズル直上を通過するレーザーのエネルギー密度を上げようとした構造のものである。こうした第3図又は第4図の装置によれば、ガス噴出ノズル  $25_1 \sim 25_n$  の反応性ガス  $23$  の種類や圧力、レーザービーム集光特性を変えてエネルギー密度を制御することにより、粉末の組成や粒径を変えることができる。

#### 〔考案の効果〕

以上詳述した如く本考案によれば、エネルギー効率を向上するとともに、異なった粒径、種

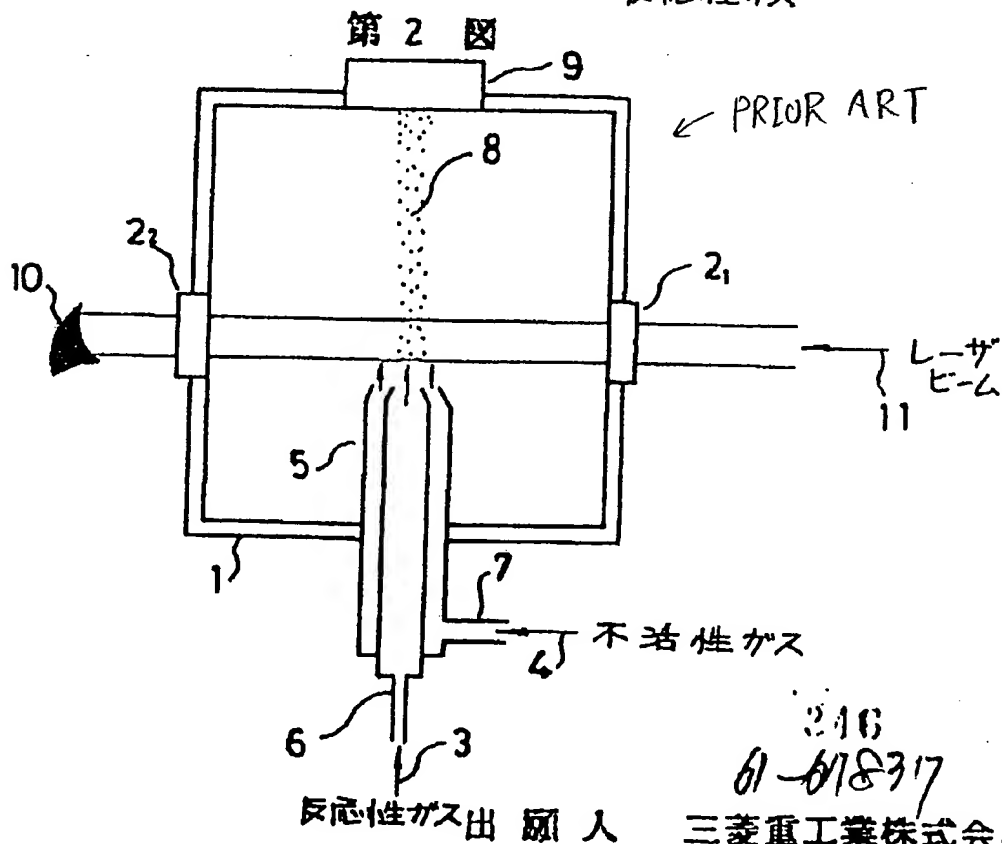
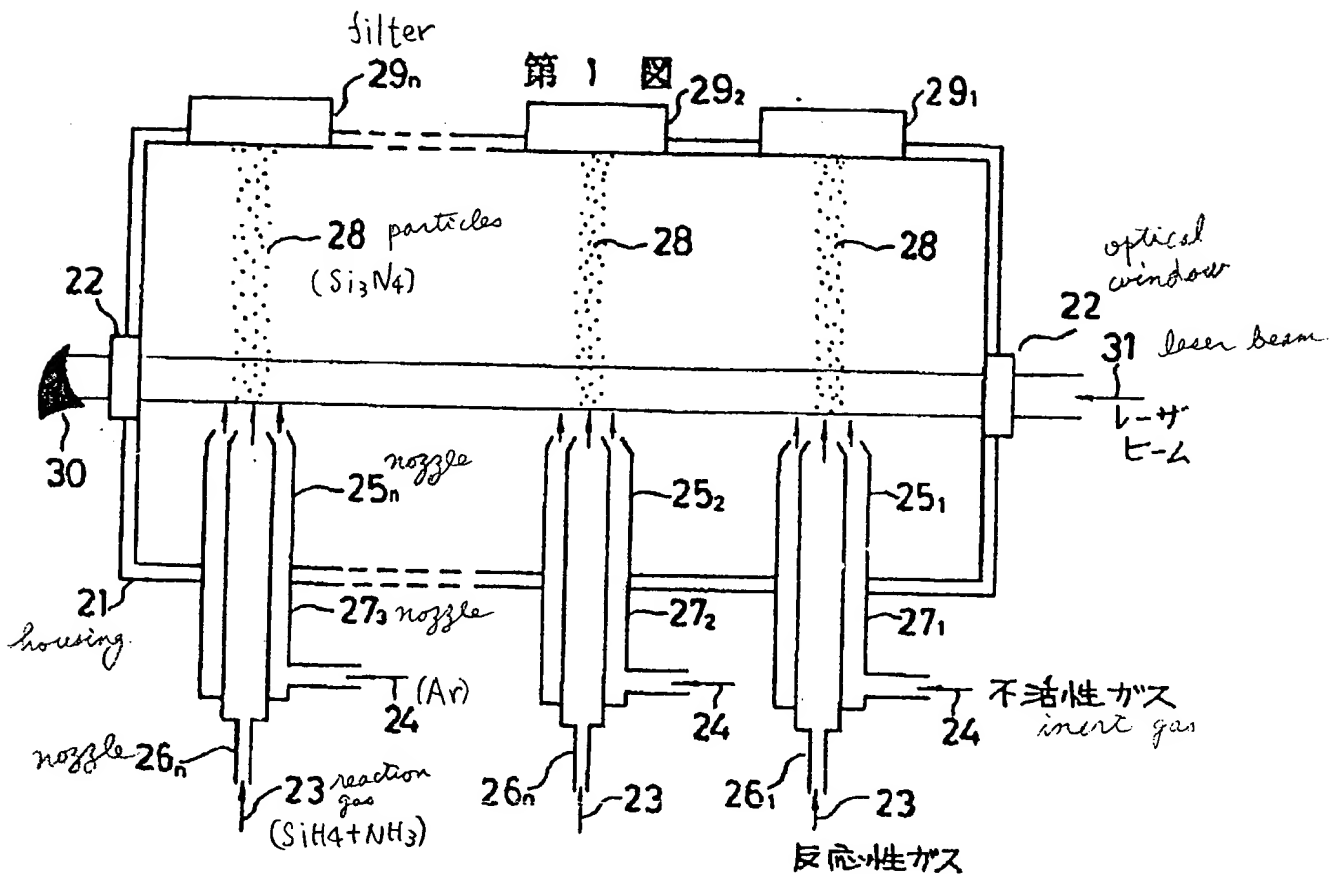
類の粉末を製造し得るレーザによる粉末製造装置を提供できる。

#### 4. 図面の簡単な説明

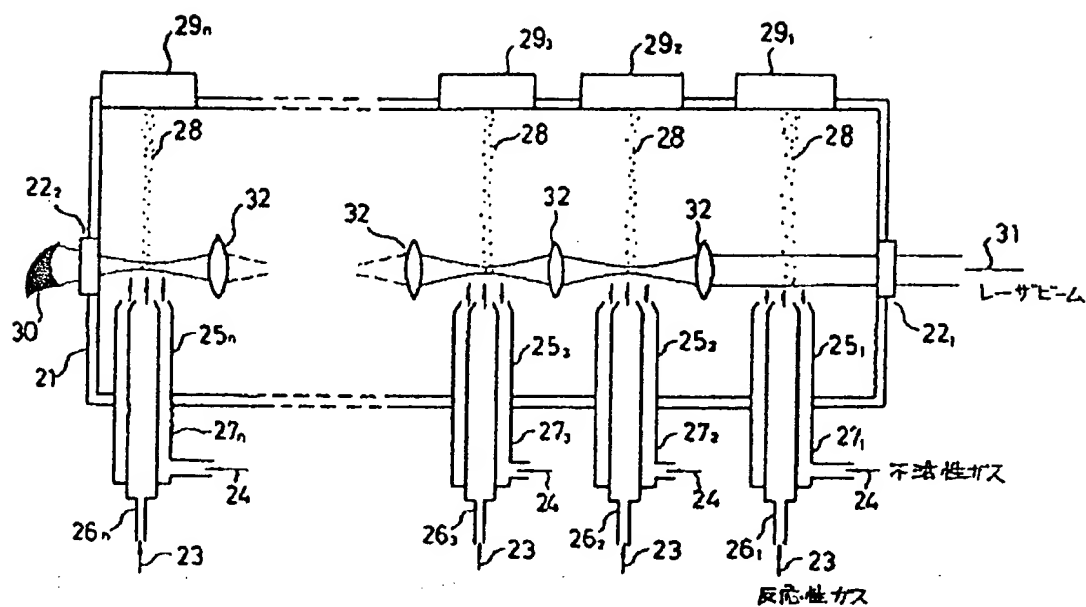
第1図は本考案の一実施例に係るレーザによる粉末製造装置の説明図、第2図は従来のレーザによる粉末製造装置の説明図、第3図又は第4図は本考案のその他の実施例に係るレーザによる粉末製造装置の説明図である。

21…反応容器、22…光学窓、23…反応性ガス、24…不活性ガス、25<sub>1</sub>～25<sub>n</sub>…ガス噴出ノズル、26<sub>1</sub>～26<sub>n</sub>…第1のノズル、27<sub>1</sub>～27<sub>n</sub>…第2のノズル、28…生成した粉末、29<sub>1</sub>～29<sub>n</sub>…フィルター、30…ダンパー、32…集光レンズ、33…凹面鏡。

出願人復代理人 弁理士 鈴 江 武 彦



第 3 図



347

出 願 人 三菱重工業株式会社  
 特 許 代 理 人 鈴 江 武 彦

第 4 図

